

食品中丙酸检测的固相萃取方法 (Copure® HLB)

丙酸及其钠盐和钙盐具有抑菌作用，可以防止霉菌的生长，常作为防腐剂和防霉剂添加到食品中。本实验参考了 GB 5009.120-2016《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定》中的前处理方法，建立了不同样品基质中丙酸的固相萃取测定方法，可显著降低样品基质带来的干扰，本法操作简便，回收率好。

一、样品提取

称取 5.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加水 20 mL，加入 0.5 mL 的 1.0 mol/L 磷酸溶液，涡旋混匀 2 min，超声提取 10 min，用 1.0 mol/L 磷酸溶液调 pH 为 2.8~3.1，用水定容至刻度，摇匀，8000 r/min 离心 5 min，离心后取上清液 5 mL 于另一干净试管，待净化。

二、样品净化 (Copure® HLB, 500 mg/6mL)

活化：固相萃取柱使用前依次用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化。

上样：加入上述待净化液至固相萃取柱中。

淋洗：加入 5 mL 10% 甲醇水淋洗固相萃取柱，弃去流出液。

洗脱：加入 5 mL 50% 甲醇水溶液洗脱，收集洗脱液，混匀，过 0.22 μm 有机滤膜，上机。

三、仪器条件

仪器：液相色谱仪，ThermoFisher U3000

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

流动相：A: 1.5 g/ 磷酸氢二铵溶液 (用 1.0 mol/L 磷酸溶液调为 3.0 左右) B: 50% 甲醇水溶液

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1 流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C 进样量：20 μL

检测器：紫外检测器 检测波长：214 nm

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.0	95	5
14.0	95	5
18.0	5	95
21.0	5	95
22.0	95	5
30.0	95	5

四、实验结果

加标回收实验结果

表 2 加标回收结果

名称	加标浓度 (g/kg)	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (% n=3)
		99.93	101.56	103.16		
豆干	0.10	99.93	101.56	103.16	101.55	1.59
	1.00	94.98	95.77	92.73	94.49	1.67
面包	0.10	96.00	95.83	97.92	96.58	1.20
	1.00	92.32	91.49	90.55	91.45	0.97

订购信息

货号	描述	包装
COHLB6500	Copure® HLB, 500 mg/6mL	50 支 / 盒
BN24	biocomma® 智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	NL 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

2) 豆干和面包中丙酸色谱图

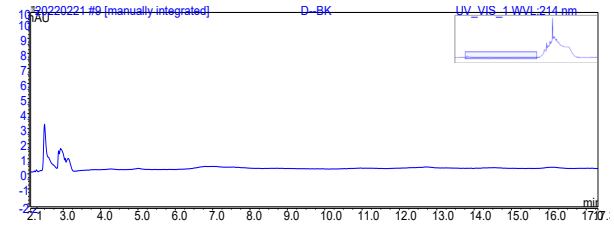


图 1 豆干中丙酸 (空白) 液相色谱图

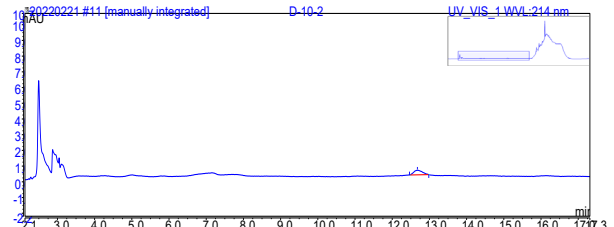


图 2 加标浓度为 0.10 g/kg 的豆干中丙酸液相色谱图

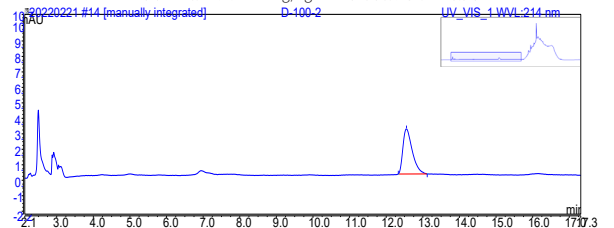


图 3 加标浓度为 1.00 g/kg 的豆干中丙酸液相色谱图

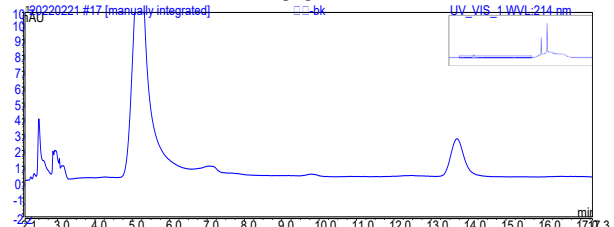


图 4 面包中丙酸 (空白) 液相色谱图

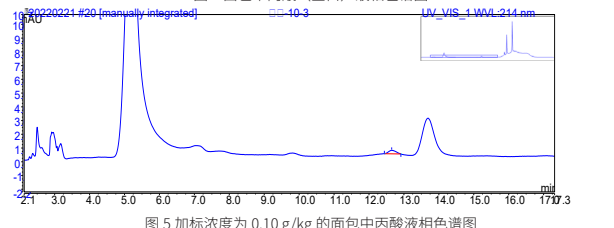


图 5 加标浓度为 0.10 g/kg 的面包中丙酸液相色谱图

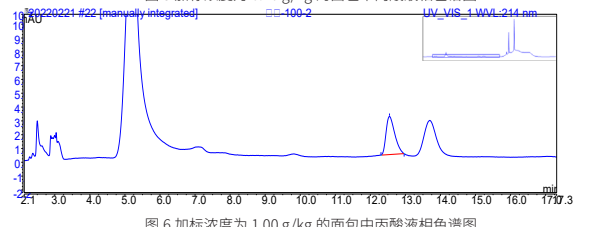


图 6 加标浓度为 1.00 g/kg 的面包中丙酸液相色谱图